

**MANUFACTURE OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM****Publication number:** JP2001093141**Publication date:** 2001-04-06**Inventor:** KIN NOBUHIRO; OWADA TAMOTSU; KATAOKA YUJI;  
GOTO YASUYUKI**Applicant:** FUJITSU LTD**Classification:****- international:** **G11B5/84; C10M105/54; C10M107/38; C10N40/18;**  
**C10N80/00; G11B5/84; C10M105/00; C10M107/00;**  
**(IPC1-7): G11B5/84; C10M105/54; C10M107/38;**  
**C10N40/18; C10N80/00****- European:****Application number:** JP19990264793 19990920**Priority number(s):** JP19990264793 19990920**Report a data error here****Abstract of JP2001093141**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To prevent generation of stiction when a lubricant film is formed on a protective film in a magnetic recording medium and to suppress spin-off of the lubricant when the magnetic recording medium is rotated with respect to the method for manufacturing the magnetic recording medium. **SOLUTION:** A protective film 4 consisting of at least a magnetic recording layer 3 and diamond like carbon(DLC) is laminated and formed on a non- magnetic supporting body (substrate) 1. After the surface of the protective film 4 is treated with plasma, whole the non-magnetic substrate 1 is thermally treated. A lubricant is applied onto the surface of the protective film 4 treated with plasma and treated thermally to form a coated film 5 and the non-magnetic substrate 1 having the lubricant coated film 5 formed thereon is thermally treated.

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-93141

(P2001-93141A)

(43) 公開日 平成13年4月6日 (2001.4.6)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テーマコード(参考)

G 1 1 B 5/84

G 1 1 B 5/84

B 4 H 1 0 4

C 1 0 M 105/54

C 1 0 M 105/54

5 D 1 1 2

107/38

107/38

// C 1 0 N 40:18

C 1 0 N 40:18

80:00

80:00

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全5頁)

(21) 出願番号

特願平11-264793

(22) 出願日

平成11年9月20日 (1999.9.20)

(71) 出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号

(72) 発明者 金 暢大

神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通株式会社内

(72) 発明者 大和田 保

神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通株式会社内

(74) 代理人 100105337

弁理士 眞鍋 潔 (外3名)

最終頁に続く

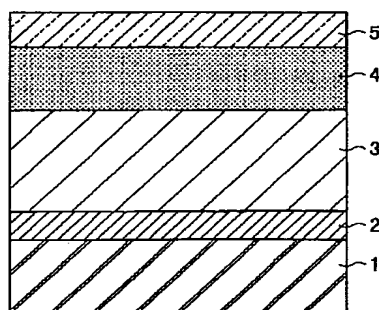
(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 磁気記録媒体の製造方法に関し、磁気記録媒体に於ける保護膜上に潤滑剤被膜を形成した場合に於けるスティクションの発生を防止し、また、磁気記録媒体の回転時に於ける潤滑剤のスピンオフを抑止できるようにする。

【解決手段】 非磁性支持体(基板)1上に少なくとも磁気記録層3及びダイヤモンドライクカーボン(DLC)からなる保護膜4を積層形成し、保護膜4の表面をプラズマ処理してから非磁性基板1全体を熱処理し、プラズマ処理及び熱処理された保護膜4の表面に潤滑剤を塗布して被膜5を形成し、潤滑剤被膜5が形成された非磁性基板1の熱処理を行なう。

磁気記録媒体の要部切斷側面図



- 1: 基板
- 2: 鍍金膜
- 3: 磁気記録層
- 4: 保護膜
- 5: 潤滑剤被膜

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】非磁性基板上に少なくとも磁気記録層及びダイヤモンドライクカーボンからなる保護膜を積層形成する工程と、

次いで、該保護膜の表面をプラズマ処理してから該非磁性基板を熱処理する工程と、

次いで、プラズマ処理及び熱処理された該保護膜の表面に潤滑剤を塗布して被膜を形成する工程と、

次いで、該潤滑剤被膜が形成された非磁性基板の熱処理を行なう工程とが含まれてなることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項2】前記保護膜の表面をプラズマ処理する際に用いるガスが酸素であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】前記保護膜の表面をプラズマ処理する際に用いるガスが不活性ガスであることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、情報通信などの分野で多用されている磁気記録媒体を製造する方法の改良に関する。

【0002】

【従来の技術】一般に、磁気記録媒体（磁気ディスク）は非磁性支持体（基板）上に磁性層、保護膜などが積層形成され、保護膜上には潤滑剤を塗布している。

【0003】図2は標準的な磁気記録媒体の構造を説明する為の要部切断側面図であり、図に於いて、1は基板、2は鍍金膜、3は磁気記録層、4は保護膜、5は潤滑剤被膜をそれぞれ示している。

【0004】図から明らかなように、磁気記録層3上には保護膜4が積層形成されていて、通常、保護膜4の膜厚は5〔nm〕乃至50〔nm〕の範囲で選択され、また、その材料には石英（ $\text{SiO}_2$ ）、ジルコニア（ $\text{ZrO}_2$ ）、カーボン系などが用いられている。

【0005】然しながら、現在はカーボン系保護膜を用いることが主流となりつつあり、そのなかでもダイヤモンド・ライク・カーボン（diamond like carbon: DLC）が多用される傾向にあり、また、成膜するには、スパッタリング法、プラズマCVD（plasma chemical vapour deposition）法、イオン・プレーティング法、レーザ・アブレーション法などが適用されている。

【0006】DLC保護膜にも種々と改善が施されていて、例えば摩擦耐性などを向上させる為、表面近傍や内部に水素原子或いは窒素原子を含有させて作成したり、或いは、DLC保護膜を形成してからダイナミック・ミキシング法、スタティック・ミキシング法などを適用して水素イオンや窒素イオンを打ち込むなどの手段も採られている。

【0007】保護膜は、磁性層に記録された情報を保護する目的の他、磁気ヘッドの摺動性を良好にすることを目的として形成されるのであるが、保護膜のみでは動作させた場合の耐久性が乏しいので、保護膜表面に厚さ1〔nm〕乃至2〔nm〕程度の潤滑剤からなる被膜を形成することが行なわれている。

【0008】その潤滑剤としては、パーフルオロポリエーテル（PFPE）系としてFomblin（商品名 アウジモント社製 イタリア）、Demnum-SA（商品名 ダイキン工業製 日本）、Krytox（商品名 デュボン社製 アメリカ）などが用いられ、また、磁気記録媒体がフロッピーディスクなどフレキシブルである場合には脂肪族炭化水素系も用いられている。

【0009】潤滑剤の主な役割は、保護膜表面に吸着し、磁気ヘッド・スライダが保護膜に直接接触することを防止すること、また、磁気記録媒体と摺動可能に接触する磁気ヘッド・スライダとの間に於ける摩擦力を低減させることにある。

【0010】通常、磁気記録再生装置はCSS（contact start stop）方式に依って駆動され、動作時には、磁気記録媒体が停止状態から瞬時に回転加速され、それに伴って発生する浮力で磁気ヘッドは浮上し、停止時には、磁気記録媒体を回転させているモータが停止し、磁気ヘッドと磁気記録媒体とが高速で接触を起こして摺動する。

【0011】この場合、動摩擦係数低減の為に潤滑剤被膜を設けることは有効であるが、その潤滑剤被膜を厚膜化した場合には、磁気ヘッドと磁気記録媒体との間に潤滑剤の表面張力に起因するマイクロメニスカスが生成され、磁気ヘッドが磁気記録媒体に吸着してしまい、いわゆるスティクション（stiction）と呼ばれる現象が起こって、静摩擦係数が増加し、磁気ヘッドが磁気記録媒体に吸着したままの状態となって起動しないことがある。

【0012】また、磁気記録媒体の回転速度の高速化に伴い、遠心力で潤滑剤が支持体の外周方向に飛散（スピノフ）し、いわゆるマイグレーション（migration）と呼ばれる現象が起こり、このような潤滑剤のスピノフは、その膜厚を現象させ、耐久性を低下させる。

【0013】ところで、保護膜上に塗布された潤滑剤からなる被膜は保護膜との密着性の面で十分な性能がなく、また、磁気記録媒体の起動時に於けるスティクションが発生したり、磁気記録媒体の回転時に於ける潤滑剤のスピノフを抑止できない旨の問題がある。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】本発明では、磁気記録媒体に於ける保護膜上に潤滑剤被膜を形成した場合に於けるスティクションの発生を防止し、また、磁気記録媒体の回転時に於ける潤滑剤のスピノフを抑止できるよ

うにする。

【0015】

【課題を解決するための手段】前記説明したスティクションの発生や潤滑剤のスピンオフを抑止する為には、非磁性支持体上の保護膜と潤滑剤分子とを有効に結合させて強固に固着させることが肝要である。

【0016】本発明者等が知得したところに依れば、DLC保護膜の表面には自然酸化膜状態で、水酸基(OH)、ケトン基( $C=O$ )、カルボキシル基( $-COOH$ )などの官能基が存在していることが知られてはいるが、保護膜と潤滑剤との吸着態様については未知の状態であって、状況からすると、それ等の間の吸着は水素結合のような弱いものであって、吸着力は化学吸着ほど大きくはないものと認識される。

【0017】そこで、本発明に依る磁気記録媒体の製造方法に於いては、(1)非磁性基板(例えば非磁性支持体1:図2参照、以下同じ)上に少なくとも磁気記録層(例えば磁気記録層3)及びダイヤモンドライクカーボン(DLC)からなる保護膜(例えば保護膜4)を積層形成する工程と、次いで、該保護膜の表面をプラズマ処理してから該非磁性基板を熱処理する工程と、次いで、プラズマ処理及び熱処理された該保護膜の表面に潤滑剤を塗布して被膜(例えば潤滑剤被膜5)を形成する工程と、次いで、該潤滑剤被膜が形成された非磁性基板の熱処理を行なう工程とが含まれてなることを特徴とするか、或いは、

【0018】(2)前記(1)に於いて、前記保護膜の表面をプラズマ処理する際に用いるガスが酸素であることを特徴とするか、或いは、

【0019】(3)前記(1)に於いて、前記保護膜の表面をプラズマ処理する際に用いるガスが不活性ガス(例えば $N_2$ 、He、Ne、Ar、Kr、Xeなど)であることを特徴とする。

【0020】前記手段を採ることによって得られる磁気記録媒体に於いては、保護膜と潤滑剤被膜との密着性は十分に大きくなり、従って、磁気記録媒体の回転による潤滑剤被膜の膜厚減少は小さくなって、長期に亘って高い信頼性を維持することができ、従って、磁気記録再生装置を安定に動作させることができる。

【0021】ところで、目的、構成、効果が相違するので、本発明の先行技術では有り得ないが、磁気記録媒体の製造時にプラズマCVD(chemical vapor deposition)法を用いる発明が特開平6-89428号公報に開示されているので、それについて説明しておくことは、本発明と相違する発明であることを明らかにする上で有効であると思われる。

【0022】即ち、当該公報に開示された発明では、DLCからなる保護膜を成膜する為、カーボン系ガスを用いたプラズマCVD法を適用するものであり、それに依って作成されたDLC保護膜は下地である磁気記録媒体

との密着性が改善されるとしている。

【0023】然しながら、当該公報に開示された発明には、保護膜の表面を酸素ガス或いは不活性ガスを用いたプラズマ処理に依って改質し、潤滑剤被膜との密着性を改善しようとする技術は存在せず、本発明とは無縁である。

【0024】

【発明の実施の形態】本発明に於ける一実施の形態について説明するが、本発明を実施して製造される磁気記録媒体(磁気ディスク)の構造は、基本的に図2について説明した従来の磁気記録媒体の構造と同一であり、従って、必要あれば図2を参照されると良い。

【0025】通常の技法を適用することに依って、基板1上に鍍金膜2、磁気記録層3、保護膜4が積層形成する。

【0026】該基板1を成膜装置のチャンバ中にセットしてから、チャンバ内が $10^{-4}$  [Torr]乃至 $10^{-5}$  [Torr]となるように真空引きを行なう。

【0027】次いで、以下の条件の下で前記チャンバ内にプラズマを生成させて保護膜4の表面をプラズマ処理する。

条件

酸素ガスの流量: 10 [sccm]乃至120 [sccm]の範囲

好ましくは25 [nm]乃至100 [sccm]の範囲

印加パワー: 5 [W]乃至75 [W]の範囲

好ましくは10 [W]乃至50 [W]の範囲

時間: 30 [秒]乃至150 [秒]の範囲

好ましくは90 [秒]乃至120 [秒]の範囲

尚、酸素ガスは、不活性ガス、例えば窒素ガス、アルゴン・ガスなどに代替して良い。

【0028】次いで、以下の条件の下で基板1を加熱する。

条件

温度: 80 [°C]乃至200 [°C]の範囲

好ましくは120 [°C]乃至170 [°C]の範囲

加熱方式: 恒温槽に依る加熱、或いは、大気中のホット・プレートに依る加熱

【0029】次いで、前記加熱された基板1の保護膜4上に潤滑剤を塗布して被膜5を形成する。

【0030】この場合、潤滑剤にはFomblin AM3001を用い、潤滑剤を溶解する溶媒にはフッリナートFC77(商品名 住友3M社製 日本)を用いた。

【0031】潤滑剤の塗布にはディップ法を適用し、そして、潤滑剤溶液中への浸漬時間は30 [秒]、浸漬後の引き上げ速度は10 [mm/秒]とした。

【0032】潤滑剤被膜5の形成後に再び基板1を前記条件と同条件の下で加熱した。

【0033】前記のようにして製造した磁気記録媒体に

ついて、基板1に施したプラズマ処理及び熱処理と、保護膜4の表面と化学的に結合する潤滑剤の量との関係を調べた。

【0034】保護膜4上に塗布された潤滑剤のうち、どの程度の量の潤滑剤が保護膜4と化学的に結合しているかを知る目安として、潤滑剤被膜5を形成した後の基板1をパーフルオロポリエーテルを溶解する溶媒中に浸漬し、浸漬前の膜厚A及び浸漬後の膜厚Bの比B/Aを採り上げた。

【0035】この場合、B/Aの値が大きい程、溶媒中に溶け出す潤滑剤の量が少ないことを示し、保護膜表面と化学的に結合している潤滑剤の量が多いことになる。そこで、この値を残存比と定義する。

【0036】膜厚A並びにBは、フーリエ変換赤外分光装置(Fourier transform infrared spectroscopy: FT-IR)を用いて約1280[cm<sup>-1</sup>]近傍で検出される潤滑剤の中の直鎖、即ち、-(F-C-F)-部分に由来する吸光度と、X線光電子分光装置(X-ray Photoelectron spectroscopy: XPS)に依って測定した膜厚絶対値との相関、即ち、検量式(関数)を予め求めておき、膜厚が未知である試料に対して、随時、FT-IRを用いて-(F-C-F)-部分の吸光度を測定し、これを変数として検量式に代入し、関数の値、即ち、従属変数を導出することによって決定する。尚、FT-IR測定は、一つの試料について複数回実施して、その平均値を用いることにした。

【0037】前記の結果、保護膜4を形成した後、未処理のまま潤滑剤を塗布した場合、残存比は約0.40~0.47であり、これに対し、保護膜4を形成してからプラズマ処理及び前加熱処理を施し、潤滑剤被膜5を形成してから後加熱処理を施した場合、即ち、本発明を実施した場合、残存比は0.93~1.00となって飛躍的に向上した。

【0038】図1は各種試料について潤滑剤の残存比を測定した結果を表すグラフであり、縦軸には膜厚を、また、横軸のa乃至eは試料の別をそれぞれ示し、何れの試料に於いても、Aは前記したように潤滑剤被膜5をパーフルオロポリエーテルを溶解する溶媒中に浸漬する前の膜厚、Bは前記したように潤滑剤被膜5をパーフルオロポリエーテルを溶解する溶媒中に浸漬した後の膜厚をそれぞれ示している。

【0039】図に於いて、aは未処理の試料、bは潤滑剤塗布前及び後に熱処理、cはArプラズマ処理+潤滑剤塗布前及び後に熱処理、dはN<sub>2</sub>プラズマ処理+潤滑剤塗布前及び後に熱処理、eはO<sub>2</sub>プラズマ処理+潤滑剤塗布前及び後に熱処理をそれぞれ施した試料を示している。

【0040】図から明らかなように、保護膜4を形成した後、未処理のまま潤滑剤を塗布した試料aでは、残存比が約0.40から0.47であり、これに対し、保護膜4を形成した後、プラズマ処理及び前熱処理を施し、潤滑剤被膜5を形成してから後熱処理を施した場合、残存比は0.93から1.00に向上している。

【0041】本発明に於いては、前記実施の形態に限られることなく、また、特許請求の範囲を逸脱することなく、他に多くの改変を実現することができる。

【0042】前記実施の形態に於いては、プラズマ処理を行なう際に酸素ガスをを用いたが、これはN<sub>2</sub>、He、Ne、Ar、Kr、Xeなどの不活性ガスをを用いても同効であり、その場合のガス流量、プラズマ処理を行なう場合のパワー、処理時間、更に、熱処理の温度などの条件は前記実施の形態と全く同じ条件を採用して良い。但し、ガスは、価格、重さ、取り扱い上などの問題からすると酸素ガス、Arガス、N<sub>2</sub>ガスをを用いるのが適当である。

【0043】

【発明の効果】本発明に依る磁気記録媒体の製造方法に於いては、非磁性基板上に少なくとも磁気記録層及びDL Cからなる保護膜を積層形成し、保護膜の表面をプラズマ処理してから該非磁性基板を熱処理し、プラズマ処理及び熱処理された該保護膜の表面に潤滑剤を塗布して被膜を形成し、潤滑剤被膜が形成された非磁性基板の熱処理を行なう。

【0044】前記構成を採ることによって作成される磁気記録媒体に於いては、保護膜と潤滑剤被膜との密着性は十分に大きく、磁気記録再生装置の起動時に於けるスティクションに依る動作不良を防止したり、また、磁気記録媒体の回転による潤滑剤被膜のスピンオフなどマイグレーションを防止するのに有効であり、磁気記録再生装置を長期に亘って高い信頼性を維持して安定に動作させること可能になる。

【図面の簡単な説明】

【図1】各種試料について潤滑剤の残存比を測定した結果を表すグラフである。

【図2】標準的な磁気記録媒体の構造を説明する為の要部切断側面図である。

【符号の説明】

A 溶媒に浸漬前の潤滑剤被膜の膜厚

B 溶媒に浸漬後の潤滑剤被膜の膜厚

a~e 試料

1 基板

2 鍍金膜

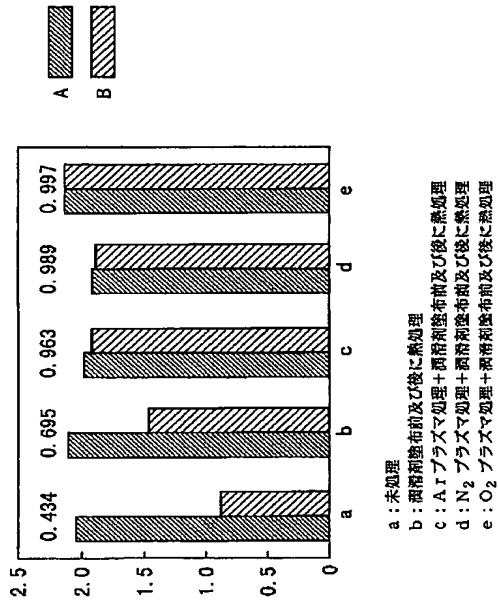
3 磁気記録層

4 保護膜

5 潤滑剤被膜

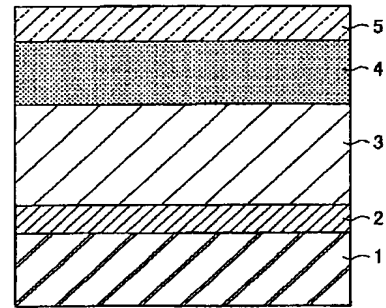
【図1】

潤滑剤の残存比を表すグラフ



【図2】

磁気記録媒体の要部切断側面図



- 1: 基板
- 2: 鍍金膜
- 3: 磁気記録層
- 4: 保護膜
- 5: 潤滑剤被膜

フロントページの続き

(72)発明者 片岡 祐治  
 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番  
 1号 富士通株式会社内

(72)発明者 後藤 康之  
 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番  
 1号 富士通株式会社内

Fターム(参考) 4H104 BD06A CD04A PA16  
 5D112 AA07 AA11 AA24 BC02 BC05  
 GA02 GA05 GA22 GB01